

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-188195

(43)公開日 平成6年(1994)7月8日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

H 0 1 L 21/205

21/31

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

B

審査請求 未請求 請求項の数1(全 6 頁)

(21)出願番号 特願平4-336230

(22)出願日 平成4年(1992)12月16日

(71)出願人 000002093

住友化学工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72)発明者 秦 雅彦

茨城県つくば市北原6 住友化学工業株式  
会社内

(72)発明者 福原 昇

茨城県つくば市北原6 住友化学工業株式  
会社内

(72)発明者 高田 裕章

茨城県つくば市北原6 住友化学工業株式  
会社内

(74)代理人 弁理士 久保山 隆 (外1名)

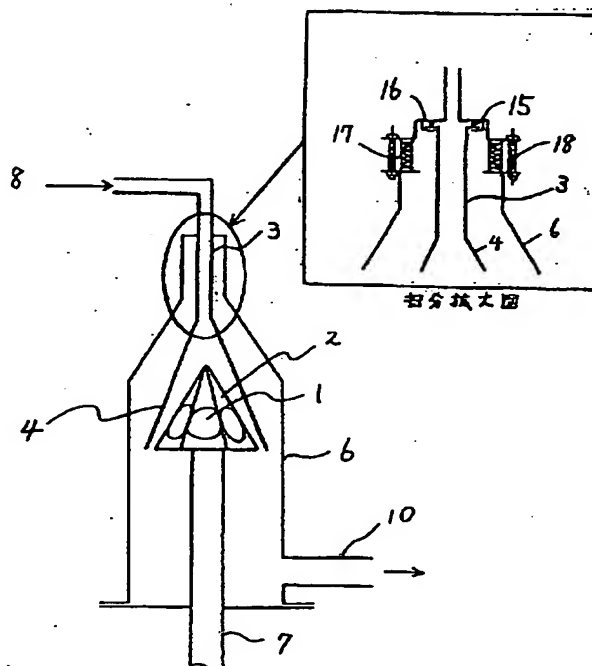
(54)【発明の名称】 気相成長装置

(57)【要約】

【目的】効率良く、高い均一性を有する薄膜結晶を生産することができる気相成長装置を提供する。

【構成】原料ガス導入部3、基板1を載置するサセプター2、反応管6および排気管10を有する気相成長装置において、(1)サセプターは3枚以上の基板を載置可能で、基板載置部上流端から下流端にかけて横断面の径が増大する角錐型またはバレル型の形状であって、

(2)基板上に原料ガスを導入するための吹き付け管4を有し、吹き付け管の下流端はサセプターの下流端にまで伸び、吹き付け管の流路断面積は上流部から下流部にかけて次第に増加し、かつ下流方向へ向けての流路断面積の増加率は同じ位置でのサセプターの流路断面積の増加率に比べて小さく、(3)サセプターおよび/または吹き付け管が、ガス流方向に上下移動する機構を有し、吹き付け管とサセプターの間隙の流路断面積について、基板上流端での流路断面積に対する基板下流端での流路断面積の比率が、0.4以上1.2以下の値をとることを特徴とする気相成長装置。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】原料ガス導入部、基板を載置するサセプター、反応管および排気管を有する気相成長装置において、

(1) サセプターは3枚以上の基板を載置可能で、基板載置部上流端から下流端にかけて横断面の径が増大する角錐型またはバレル型の形状であって、

(2) 基板上に原料ガスを導入するための吹き付け管を有し、吹き付け管の下流端はサセプターの下流端にまで伸び、吹き付け管の流路断面積は上流部から下流部にかけて次第に増加し、かつ下流方向へ向けての流路断面積の増加率は同じ位置でのサセプターの流路断面積の増加率に比べて小さく、

(3) サセプターおよび／または吹き付け管が、ガス流方向に上下移動する機構を有し、吹き付け管とサセプターの間隙の流路断面積について、基板上流端での流路断面積に対する基板下流端での流路断面積の比率が、0.4以上1.2以下の値をとることを特徴とする気相成長装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、半導体等の薄膜の製造に用いられる気相成長装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】結晶基板上に気相成長により各種電子デバイスに用いる化合物半導体薄膜を製造する気相成長装置は、例えば縦型炉の場合には図1に示すように構成されている。この図に示すように従来の気相成長装置では、原料ガス（例えば $AsH_3$ 、 $PH_3$ 、 $Ga(CH_3)_3$ など）は、適当なキャリアガス（例えば $H_2$ 、 $N_2$ など）とともに、原料ガス導入部3からサセプター2に載置された基板1に対して供給される。サセプター上の基板は、例えば外部からの誘導加熱により、あるいはサセプター内部の抵抗加熱ヒーターや赤外加熱ヒーターにより加熱され、所定温度に保たれる。基板表面で気相成長が生じ、反応残ガスはサセプターよりガスの下流側から排出される。

【0003】成長反応終了後は温度を下げ、反応管内をパージ後、サセプターを反応管外へ取り出し、基板の交換を行なった後、次の薄膜成長に移る。多数枚の基板を同時に処理する場合は図示のような多角錐型のサセプターの他、バレル型のサセプターも用いられる。

【0004】各種デバイス用にこのような装置を用いて作製された結晶を用いる場合、基板面内での素子特性の均一性は実用上非常に重要な要素であり、このため成長結晶に対しては、膜厚の高い均一性が要求される。一般に化合物半導体の結晶成長に広く使用されている有機金属気相成長法では、広い温度範囲で結晶成長速度が温度に依存せず、原料供給速度にのみ依存する、いわゆる原料供給律速条件で反応が行なわれている。

(2)

2

【0005】この場合、境界層の未発達なガス上流部においては、境界層を通じての基板表面への原料の拡散量は大きい。一方、境界層の発達するガス下流部では原料の拡散量は減少する。さらに、下流部に行くに従い、原料の消費による効果も生じ、結果的に流路断面積（ガス気流の平均的ベクトルに対して垂直な断面積）が等しい反応管では基板上流端から下流端にかけて膜厚の単調減少が生じるのが一般的である。このため通常はサセプター一面を反応管壁面に対して傾け、流路断面積をガスの下流で狭めることにより下流部での流速を上げ、境界層の厚さを小さくすることにより膜厚の均一化を図ることが行なわれている。

【0006】しかしながら、この時、基板面の傾け具合をどのようにするかは、定量的な設計は難しいのが現状であった。理由は実際の反応条件下での気相温度分布、壁面の温度、混合ガスの反応機構等の計算に必要なパラメーターの正確なデータがなく、各種シミュレーションをもってしても、現状では定量的な予測が不可能なことによる。従って、通常は試行錯誤により最適な構造を決定するのが一般的であった。そのため、従来の構造ではサセプターを作り替えるか、または反応管上部の形状を作り変える必要があった。このような方法は多大な費用と時間と労力を要するものであり、また成長温度、ガス流量条件等の変更に際してもその均一条件は変わるため、様々な構造の物質をその最適条件で成長することが望ましい現実の生産システムにおいては甚だ使いにくいものであった。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、均一な膜厚を得る最適な反応管部の設計を大幅に簡略化し、反応条件の異なる場合においても、最適な膜厚分布を得る反応管配置を、反応管を分解して大気にさらすことなく短時間に得ることができ、低コストで最適な膜厚分布を実現する気相成長装置を提供するものである。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、このような問題点をみて、鋭意検討した結果、本発明に到達した。すなわち、本発明は、原料ガス導入部、基板を載置するサセプター、反応管および排気管を有する気相成長装置において、

(1) サセプターは3枚以上の基板を載置可能で、基板載置部上流端から下流端にかけて横断面の径が増大する角錐型またはバレル型の形状であって、

(2) 基板上に原料ガスを導入するための吹き付け管を有し、吹き付け管の下流端はサセプターの下流端にまで伸び、吹き付け管の流路断面積は上流部から下流部にかけて次第に増加し、かつ下流方向へ向けての流路断面積の増加率は同じ位置でのサセプターの流路断面積の増加率に比べて小さく、

(3) サセプターおよび／または吹き付け管が、ガス流方向に上下移動する機構を有し、吹き付け管とサセプターの間隙の流路断面積について、基

3

板上流端での流路断面積に対する基板下流端での流路断面積の比率が、0.4以上1.2以下の値をとることを特徴とする気相成長装置に関するものである。

【0009】本発明について図面をもとにさらに詳細に説明する。図2は本発明の気相成長装置について概要を図示したものである。装置は、原料ガス導入部3、基板1を載置するサセプター2、吹き付け管4、反応管6、排気管10から構成される。サセプター2は、サセプター保持軸7によって保持され、サセプター保持軸7は必要に応じて回転させることもできる。原料ガス8はキャリアガスとともに原料ガス導入部3を通じて吹き付け管4に導入される。

【0010】吹き付け管4は、原料ガス導入部からサセプター上に伸び、末広がりの開口端部を有する。吹き付け管4の開口端部すなわち下流端は、サセプターの下流端まで伸びている。また、吹き付け管4の下流端の径は、サセプター2の下流端の径より大きい。吹き付け管の上部はさらに部分拡大図に示すごとく、Oリング15によりシールされ、かつシールユニット16はベローズ17を介して反応管本体に接続されており、ベローズ18の長さを調整ねじ18を用いて調整することにより吹き付け管の位置を上下方向に調整可能である。また、サセプター2およびサセプター保持軸7は反応管下部のベローズ19により外気からシールされており、反応管下部に取付けた駆動モーターにより上下駆動が可能である。これにより結晶成長時のサセプター位置は任意の高さに調整可能である。

【0011】上記のような機構によりサセプターおよび吹き付け管の相対位置は反応管を分解することなく、例えば結晶成長を行なっている間においても調整可能である。この時、サセプターは例えば図2のようにガスの下流方向にその断面積が増加している円錐状または角錐状にしておき、また吹き付け管も円錐状または角錐状とし、かつその断面積がガスの下流方向へ向けて増加し、かつその断面積の増加率がサセプターの断面積の増加率より小さいような構造とすることにより、上記のようなサセプターと吹き付け管位置の相対位置調整により、サセプター上に載置された基板の上流端での流路断面積に対する基板の下流端での流路断面積の比率を実効的に可変とすることができる。

【0012】従って、例えばGaAsの膜厚分布を最適にする反応管形状を求める場合には、GaAsの成長に際して、該サセプターまたは吹き付け管位置を上記のような調整機構により移動させながら成長を行ない、結晶成長後、該基板を取り出して各サセプターまたは吹き付け管位置に対応する膜厚分布を計測することにより一回の結晶成長操作で最適な反応管配置を求めることができる。各位置に対応するGaAs層は、層間に例えばAlGaAsのようなマーカー層を挿入しておくことにより、結晶断面を適当なステインエッチング後、顕微鏡観

4

察する等の方法により、識別、膜厚計測が容易に可能である。ガス流量や温度などの結晶成長パラメータを変更する場合も同様にして、各成長条件に対応した最適な反応管配置を求めることができる。

【0013】さらに、次のような構成を気相成長装置に備えることにより、基板への付着物の影響を抑制し、保守頻度を大幅に低減し、装置のランニングタイムの大幅な改善を可能にできるので好ましい。

(A) サセプター保持軸を取り囲んだ内管を有し、内管の下部で内管と排気管が連結しており、内管の上流端の径は吹き付け管の下流端の径より大きく、吹き付け管の下流端の径はサセプターの下流端の径より大きく、かつ内管上流端は吹き付け管上流端よりも、ガスの上流側に位置し、(B) 反応管と吹き付け管との間に、水素、窒素およびアルゴンからなる群から選ばれた少なくとも1種のガスの導入部を反応管上部に有し、該ガスが反応管と吹き付け管との間を流れるようにして、(C) 内管とともにサセプターが上下移動する機構を有する。

【0014】図3をもとにさらに詳細に説明する。装置は、原料ガス導入部3、基板1を載置するサセプター2、吹き付け管4、内管5、反応管6、排気管10から構成される。サセプター2は、サセプター保持軸7によって保持され、サセプター保持軸7は必要に応じて回転させることもできる。原料ガス8はキャリアガスとともに原料ガス導入部3を通じて吹き付け管4に導入される。

【0015】吹き付け管4は、原料ガス導入部からサセプター上に伸び、末広がりの開口端部を有する。吹き付け管の開口端部すなわち下流端は、サセプターの下流端まで伸びている。また、内管5の上流端の径は吹き付け管4の下流端の径より大きい。また、吹き付け管4の下流端の径は、サセプターの下流端の径より大きい。また、内管5の上流端は、吹き付け管4の下流端よりガスの上流側に位置している。水素、窒素およびアルゴンからなる群から選ばれた少なくとも1種のガス（以下、不活性ガスということがある）は、反応管6の上部の不活性ガス導入部9から導入され、吹き付け管の外壁に沿って流れた後、内管上流端と吹き付け管下流端との間隙から内管内部に流入する。この不活性ガスおよび反応残ガスは合流後、内管内部を経て、ガス下流部に設置された排気管10から排気系に排出される。

【0016】本発明の気相成長装置は、内管とともにサセプターが上下移動する機構を有する。基板の交換に際して、図4に示すように、サセプターは、内管ごとサセプターを移動することにより行なうことができる。したがって、特にサセプターが、内管の上流端よりガスの上流側に位置するように位置関係を保持しつつ、基板の交換が可能な位置まで、内管とともにサセプターを移動させることができる。また、基板交換にともなう雰囲気汚染を避けるため、副室11とゲートバルブ12から構成

されるロードロック機構と組み合わせて実施することができる。

【0017】本発明によれば、原料ガスは吹き付け管からサセプター上の基板面に吹き付けられて所定の薄膜を成長の後、反応残ガスは内管内を流してその下部に設けられた排気管から排出される。この時、吹き付け管のサセプターからの距離を適切に選択することにより、また吹き付け管外側と反応管との間を流す、水素、窒素およびアルゴンからなる群から選ばれた少なくとも1種のガスの流量を適切に選択することにより、加熱されたサセプターからの輻射および伝熱を制御することが可能である。したがって、吹き付け管とサセプターとの間での温度勾配が熱対流を発生しない程度で、接触する原料ガスの分解を極小にするように、該吹き付け管の温度を設定することができる。これによりまず、基板近傍でのサセプターおよび基板面以外での吹き付け管壁への反応生成物の付着を減少させることができる。

【0018】次に、加熱基板およびサセプター面上で分解した反応ガス成分の一部はキャリアガスと共に下流部へ輸送され、温度の低い内管の壁に昇華付着する。この時、吹き付け管と反応管の間に流す不活性ガスが、内管の内部に流入する際に内管の壁と反応残ガスとの間に不活性ガス層を形成し、内管の壁の上部を上記反応生成物の昇華付着から保護する役割を果たし、昇華付着が生じる部位をサセプターから、よりガスの下流側に移動させることができる。また、基板交換に際してはサセプターを内管とともに移動させることにより、以上のようにして生じた昇華生成物の付着部位は、薄膜の成長および基板交換作業を通じて、常にサセプターより下流側に位置させることが可能になる。

【0019】以上の結果、サセプター上流から近傍にかけての、ガスが接触する内壁は常に清浄な状態に保持されるとともに、昇華付着が生じる部位は、薄膜の成長および基板の交換などの全ての工程を通じて常に基板の下流に位置する。したがって、該生成物の堆積により剥落が生じて基板面に悪影響を与えることがなく、高品質な製品の長期にわたる生産が可能になる。本発明によれば、試行錯誤にたよっていた従来の方法に比べ、きわめて短時間に低コストで均一な結晶層を得るのに最適な反応管構造を決定することができる。また反応条件の異なる結晶層を成長する場合もそれぞれの反応条件でもっとも均一な膜厚を得られる反応管構造にその場で調整可能である。本発明は気相成長装置の形式としては、説明で用いた縦型炉に限定されるものではなく、横型炉、バレル型炉など基板面がガス流に対して平行であるような形式の反応管に一般的に適用可能であることは言うまでもない。

【0020】

【実施例】以下、本発明について実施例をもとにさらに詳細に説明するが、本発明はこれに限定されるものでは

ない。

#### 実施例1

本実施例において使用した装置の概略は図2に図示したものと同様である。キャリアガスとしては9 standard l / min (以下、slmと略す)の水素ガスを用い、0.1気圧の減圧条件下で行なった。基板としては単結晶GaAsのウエーハを洗浄後、グラファイト製サセプター上に載置し、水素で減圧置換した。サセプターを所定の位置まで移動した後、反応容器内を0.1気圧に調整し、外部高周波加熱器13による誘導加熱を行なった。なお反応管内の圧力は反応管に取付けた圧力センサーで検出し、その出力を排気管に設けたコントロールバルブにフィードバックさせることにより調整した。

【0021】また、基板温度は、サセプター内部に挿入した熱電対で検出し、同出力を高周波加熱コイルにフィードバックさせることにより制御した。温度上昇の過程で550℃でGaAsの分解を抑えるために $5.2 \times 10^{-5} \text{ mol/min}$ のアルシン( $\text{AsH}_3$ )を供給開始した。なお、この時の吹き付け管外側には不活性ガス導入部9から6slmの水素を流した。温度が650℃に安定したところで、 $\text{AsH}_3$ 流量を $2.6 \times 10^{-3} \text{ mol/min}$ に調整し、さらに温度、圧力、各ガス流量が安定したところで、 $5.2 \times 10^{-5} \text{ mol/min}$ のトリメチルガリウム(TMGe)を供給して結晶成長を開始した。なお、この時の基板上流端における流路断面積に対する基板下流端における流路断面積の比は1.2とした。20分間の成長後、トリメチルアルミニウム(TMA)を $5.2 \times 10^{-5} \text{ mol/min}$ 供給して30秒間AlGaAsを成長した後、いったんTMGeとTMAの供給を停止した。

【0022】次に、サセプターの上下駆動用モーターを動作させ、サセプターを吹き付け管に対して5mm下方に下げた。この時の基板上流端における流路断面積に対する基板下流端における流路断面積の比は1.0であった。モーター停止後、直ちにTMGeを供給し、成長を再開した。以後、同様にして流路断面積比を0.2ずつ変化させ、最低0.4まで計5層のGaAs層を各層間にAlGaAsマーカー層を入れて成長を終えた。原料ガスを停止後、直ちに加熱を停止、降温し室温付近になったところで、反応管内を窒素置換後、サセプターを大気中に取り出した。

【0023】得られた基板からガス流方向に短冊上の結晶片を壁開法により切り出し、ステンエッチングを施した後、微分干渉顕微鏡により断面観察を行ない、AlGaAsの薄いマーカー層で区切られた各GaAs層の膜厚を計測した。この時の成長膜厚を流れ方向の位置に対してプロットしたデータを図5に示す。図中の折れ線の右端に記載した数値0.4、0.6、0.8、1.0、1.2は、基板の上流端における流路断面積に対する基板下流端における流路断面積の比である。図5から、こ

7

の時の反応条件においては、上記の比が0.8と1.0の間が最も均一性が良好であることがわかる。

【0024】

【発明の効果】本発明による気相成長装置を用いることにより、高い均一性を有する薄膜の成長条件を、試行錯誤による装置改造を行なうことなく、きわめて短時間、低コストで得ることが可能である。また最適な均一性を得る条件が異なるような結晶層の作製においても、それぞれの条件に適した最適な装置形状にその場で調整可能である。本発明により効率良く、高い均一性を有する薄膜結晶を生産することができ、工業生産上、その意義は極めて大きい。

【図面の簡単な説明】

【図1】従来用いられてきた反応装置例である。

【図2】本発明の気相成長装置の1例の断面図である。

【図3】本発明の気相成長装置の1例の断面図である。

【図4】本発明の気相成長装置の1例において、基板を載置するときの状況説明図である。

【図5】基板位置と相対膜厚値との相関図である。

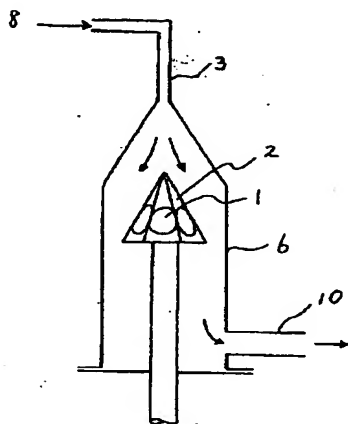
【符号の説明】

8

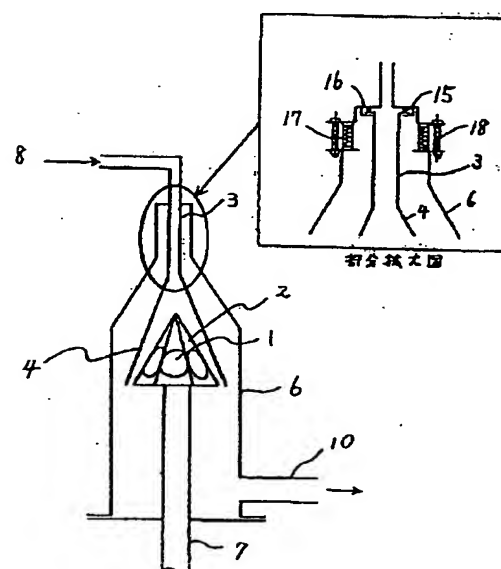
- 1 基板
- 2 サセプター
- 3 原料ガス導入部
- 4 吹き付け管
- 5 内管
- 6 反応管
- 7 サセプター支持軸
- 8 原料ガス
- 9 不活性ガス導入部
- 10 排気管
- 11 ロードロック副室
- 12 ゲートバルブ
- 13 高周波加熱コイル
- 14 圧力センサー
- 15 シール用Oリング
- 16 シールユニット
- 17 ベローズ
- 18 調整ねじ
- 19 ベローズ

20

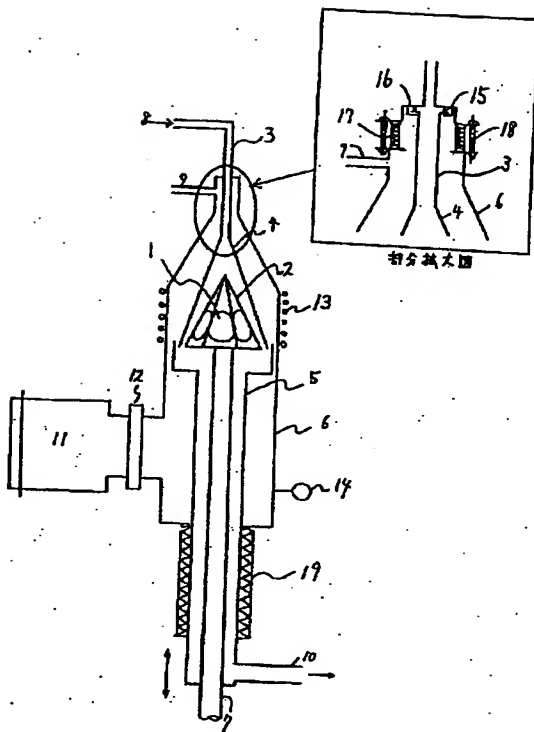
【図1】



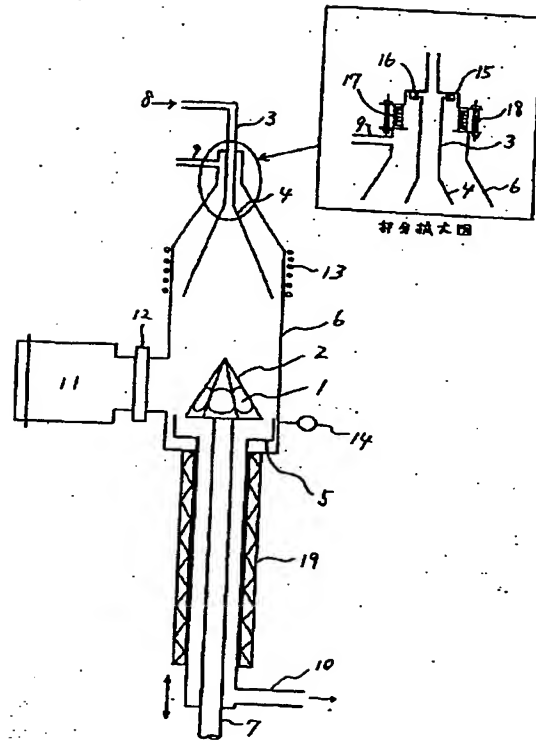
【図2】



【図3】



【図4】



【図5】

